



中华人民共和国国家标准

GB/T 12701—2014
代替 GB/T 12701—1990

GB/T 12701—2014

工业用乙烯、丙烯中微量含 氧化合物的测定 气相色谱法

Ethylene and propylene for industrial use—Determination of
trace oxygenates—Gas chromatographic method

中华人民共和国
国家标准
工业用乙烯、丙烯中微量含
氧化合物的测定 气相色谱法
GB/T 12701—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

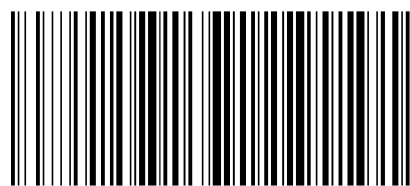
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2014年10月第一版 2014年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50252 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 12701—2014

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

面积。

8 分析结果的表述

8.1 计算

8.1.1 样品中待测的含氧化合物杂质组分已在气体标样中配制时,这些待测组分的含量 φ_i 按式(2)计算,以毫升每立方米(mL/m^3)计:

$$\varphi_i = \varphi_s \times \frac{A_i}{A_s} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

φ_s —— 标样中含氧化合物组分 i 的含量,单位为毫升每立方米(mL/m^3);

A_i —— 试样中含氧化合物组分 i 的峰面积;

A_s —— 标样中含氧化合物组分 i 的峰面积。

8.1.2 样品中待测的含氧化合物杂质组分未在气体标样中配制时,需结合气体标样中丙酮的含量、测得的峰面积和 7.2.2 液体标样测定的相对摩尔校正因子计算这些组分的含量。这些待测组分的含量 φ_i 按式(3)计算,以毫升每立方米(mL/m^3)计:

$$\varphi_i = \varphi_f \times \frac{A_i}{A_f} \times R_i \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

φ_f —— 气体标样中丙酮的含量,单位为毫升每立方米(mL/m^3);

A_i —— 试样中组分 i 的峰面积;

A_f —— 气体标样中丙酮的峰面积;

R_i —— 组分 i 对丙酮的相对摩尔校正因子。

8.1.3 以毫克每千克(mg/kg)表示的含氧化合物的含量由式(4)给出:

$$w_i = \varphi_i \times \frac{M_i}{M} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

w_i —— 试样中含氧化合物的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

M_i —— 试样中含氧化合物的相对分子质量;

M —— 试样的相对分子质量,乙烯为 28.05,丙烯为 42.08。

8.2 结果的表示

对于任一试样,以两次重复测定结果的算术平均值报告其分析结果,按 GB/T 8170 的规定修约至 0.1 mg/kg 或 0.1 mL/m^3 。

9 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不应超过下列的重复性限(r),以超过重复性限(r)的情况不超过 5%为前提:

$X \leq 10 \text{ mL}/\text{m}^3$ 时, r 为其平均值的 20%。

$X > 10 \text{ mL}/\text{m}^3$ 时, r 为其平均值的 15%。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 12701—1990《工业用乙烯、丙烯中微量甲醇的测定 气相色谱法》。

本标准与 GB/T 12701—1990 相比主要变化如下:

- 标准名称修改为《工业用乙烯、丙烯中微量含氧化合物的测定 气相色谱法》;
- 标准的范围由“适用于甲醇含量大于 1 mg/kg 的试样”修改为“适用于甲醇、二甲醚、甲基叔丁基醚、乙醛、乙醇、异丙醇、丙酮和丁酮浓度不低于 0.5 mg/m^3 的乙烯、丙烯”(见第 1 章,1990 年版的第 1 章);
- 色谱柱由填充柱修改为毛细管柱(见第 5 章表 1,1990 年版的第 5 章);
- 修改了标样配制的相关内容(见第 4 章,1990 年版的第 4 章);
- 修改了汽化装置和进样装置相关内容(见第 5 章,1990 年版的第 5 章);
- 取消了原标准中吸收装置及试样的富集操作相关内容(见 1990 年版的第 5 章、第 6 章);
- 修改了计算和结果的表示相关内容(见第 8 章,1990 年版的第 7 章、第 8 章)。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

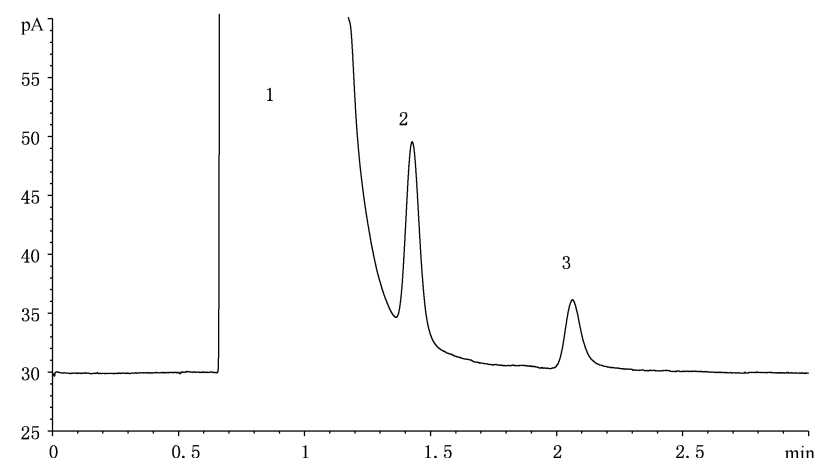
本标准由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会(SAC/TC 63/SC 4)归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院。

本标准主要起草人:李薇、唐琦民。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 12701—1990。



说明:

- 1——乙烯或丙烯;
2——丙酮;
3——甲醇。

图2 聚乙二醇色谱柱上的典型色谱图

5.3 记录装置

积分仪或色谱工作站。

5.4 汽化装置

液态丙烯试样可采用闪蒸汽化装置、水浴汽化装置或其他合适的样品汽化方式汽化。汽化装置应保证液体样品完全汽化,样品的代表性不发生变化,即色谱取样装置所取气体样品与被汽化的液体样品组成的一致性。

5.5 进样装置

气体标样和样品采用六通气体进样阀进样,进样体积为 1.0 mL。

液体标样(4.5.2)采用 10 μ L 微量注射器进样,进样体积为 1.0 μ L。

注:需要时可对 5.4 及 5.5 中所用的采样钢瓶、汽化装置、气体进样阀、进样口及连接管线进行钝化处理,防止微量的含氧化合物被吸附。

6 采样

按 GB/T 13289、GB/T 13290 和 GB/T 3723 的规定采取样品。

7 测定步骤

7.1 设定操作条件

根据仪器操作说明书,在色谱仪中安装并老化色谱柱。然后调节仪器至表 1 所示的操作条件,待仪器稳定后即可开始测定。

工业用乙烯、丙烯中微量含氧化合物的测定 气相色谱法

1 范围

1.1 本标准规定了用气相色谱法测定工业用乙烯、丙烯中微量含氧化合物的含量。

1.2 本标准适用于甲醇、二甲醚、甲基叔丁基醚、乙醛、乙醇、异丙醇、丙酮和丁酮浓度不低于 0.5 mL/m³ 的乙烯、丙烯的测定。

注:传统石油路线生产的乙烯、丙烯产品中通常只含有甲醇一种含氧化合物杂质;煤制烯烃技术生产的乙烯、丙烯产品可能含有甲醇及 1.2 中的其他含氧化合物杂质。

1.3 本标准并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。使用者有责任采取适当的安全与健康措施,保证符合国家有关法规的规定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, idt ISO 3165:1976)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 13289 工业用乙烯液态和气态采样法(GB/T 13289—2014, ISO 7382:1986, NEQ)

GB/T 13290 工业用丙烯和丁二烯液态采样法(GB/T 13290—2014, ISO 8563:1987, NEQ)

3 方法原理

在本标准规定的条件下,气体(或液体汽化后)试样通过气体进样装置被载气带入色谱柱。使各含氧化合物组分分离,用氢火焰离子化检测器(FID)检测。记录各含氧化合物组分的峰面积,采用外标法定量。

4 试剂与材料

4.1 载气

氢气或氮气:纯度 \geq 99.99%(体积分数),经硅胶及 5 A 分子筛干燥,净化。

4.2 辅助气

4.2.1 氢气:纯度 \geq 99.99%(体积分数),经硅胶及 5 A 分子筛干燥,净化。

4.2.2 空气:经硅胶及 5 A 分子筛干燥,净化。

4.3 含氧化合物

甲醇、二甲醚、甲基叔丁基醚、乙醛、乙醇、异丙醇、丙酮和丁酮等,供配制标样用。纯度应不低于 99.0%(质量分数)。